N° 85-4F

RAPPORT DE CANMET

RL-1: UN MINERAI D'URANIUM DE RÉFÉRENCE CERTIFIÉ

H.F. STEGER et W.S. BOWMAN

Canada

86-05079/

RL-1: UN MINERAI D'URANIUM DE RÉFÉRENCE CERTIFIÉ

H.F. STEGER et W.S. BOWMAN

PROGRAMME DE RECHERCHE SUR LES MINÉRAUX
LABORATOIRES DES SCIENCES MINÉRALES

RAPPORT DE CANMET 85-4F

JUIN 1985

PROJET CANADIEN DES MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE CERTIFIÉS

24 pp

MICROMEDIA
AUG 19 1985

© Ministre des Approvisionnements et Services Canada 1986

En vente au Canada par l'entremise de nos

agents libraires agréés
et autres librairies

ou par la poste auprès du:

Centre d'édition du gouvernement du Canada
Approvisionnements et Services Canada
Ottawa (Canada) K1A 0S9

N° de catalogue M38-13/85-4F
ISBN 0-660-91752-1

au Canada: $3.25
à l'étranger: $3.90

Prix sujet à changement sans préavis
Also available in English
Under Catalogue No. M38-13-85-4E

RL-1: UN MINERAI D'URANIUM DE RÉFÉRENCE CERTIFIÉ

par

H.F. Steger* et W.S. Bowman**

RÉSUMÉ

Un échantillon de 145 kg de minerai d'uranium provenant de Rabbit Lake (Saskatchewan) a été préparé comme matériau de référence de composition. Le RL-1 a été broyé jusqu'à moins 74 µm et mélangé en un lot. Environ la moitié de ce minerai a été embouteillé en unités de 100 g; le reste a été stocké en vrac. L'homogénéité du RL-1 en uranium et en nickel a été confirmée par des méthodes d'activation neutronique et de fluorescence X.

Dans le cadre d'un programme analytique à "libre choix", 13 laboratoires ont soumis des résultats pour un ou plusieurs des éléments suivants contenus dans une bouteille de RL-1 : uranium, nickel et arsenic. Suite à une analyse statistique des données, les valeurs recommandées suivantes ont été assignées : U, 0,201 %; Ni, 185 µg/g; et As, 19,6 µg/g.

---

*Chercheur scientifique et **Technologue, Laboratoires des sciences minérales, CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada, Ottawa, K1A 0G1.

Nota: D'autres membres du personnel des Laboratoires des sciences minérales ont également apporté une grande contribution à ce projet.

RL-1: A CERTIFIED URANIUM REFERENCE ORE

by

H.F. Steger* and W.S. Bowman**

SYNOPSIS

A 145-kg sample of a uranium ore from Rabbit Lake, Saskatchewan has been prepared as a compositional reference material. RL-1 was ground to minus 74 μm and mixed in one lot. Approximately one half of this ore was bottled in 100-g units, the remainder being stored in bulk. The homogeneity of RL-1 with respect to uranium and nickel was confirmed by neutron activation and X-ray fluorescence analytical techniques.

In a "free choice" analytical program, 13 laboratories contributed results for one or more of uranium, nickel and arsenic in one bottle of RL-1. Based on a statistical anlysis of the data, the following recommended values were assigned: U, 0.201%; Ni, 185 μg/g; and As, 19.6 μg/g.

---

*Research Scientist and **Technologist, Mineral Sciences Laboratories, CANMET, Energy, Mines and Resources Canada, Ottawa, K1A 0G1.

Note: Major contributions were also made by other staff members of the Mineral Sciences Laboratories.

TABLE DES MATIÈRES

	Page
RÉSUMÉ	i
SYNOPSIS	ii
INTRODUCTION	1
NATURE ET PRÉPARATION	1
PROGRAMME INTERLABORATOIRE DE CERTIFICATION	2
TRAITEMENT STATISTIQUE DES RÉSULTATS ANALYTIQUES	2
Détection des valeurs aberrantes	2
Estimation des valeurs consensus et des limites de confiance de 95 %	2
Critère de certification	3
DISCUSSION	3
VÉRIFICATION D'UNE MÉTHODE ANALYTIQUE À L'AIDE DU RL-1	4
BIBLIOGRAPHIE	4
ANNEXE A - CONFIRMATION D'HOMOGÉNÉITÉ	11
ANNEXE B - LABORATOIRES PARTICIPANTS	15

TABLEAUX

N°.		
1.	Composition chimique approximative	1
2.	Analyse granulométrique (tamisage par voie humide)	2
3.	Valeurs recommandées et paramètres statistiques (valeurs aberrantes exclues)	5
4a.	Résumé des méthodes analytiques pour l'uranium (valeurs aberrantes exclues)	5
4b.	Résumé des méthodes analytiques pour le nickel (valeurs aberrantes exclues)	6
4c.	Résumé des méthodes analytiques pour l'arsenic (valeurs aberrantes exclues)	7

Table des matières (suite)

No.		Page
5a.	Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour l'uranium	8
5b.	Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour le nickel	8
5c.	Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour l'arsenic	9
6.	Valeurs de σ_B/σ_A et de RP pour le RL-1	9

FIGURES

1a.	Histogramme pour l'uranium	9
1b.	Histogramme pour le nickel	10
1c.	Histogramme pour l'arsenic	10

INTRODUCTION

La préparation, la caractérisation et la certification du minerai d'uranium RL-1 est une autre contribution du Projet canadien des matériaux de référence certifiés (PCMRC) destiné à fournir des minerais, des concentrés et des produits connexes de référence de composition connue qui sont caractéristiques des gisements canadiens et qui ne peuvent en général être obtenus d'autres sources. Ces matériaux de référence sont produits à l'intention des laboratoires d'analyse où on effectue des travaux reliés à l'exploitation minière, à la métallurgie et aux sciences de la terre. Les autres matériaux de référence certifiés produits par le PCMRC sont décrits dans un catalogue disponible auprès du CANMET, Énergie, Mines et Ressources, Ottawa, Canada (1).

Le RL-1 a été préparé comme un complément à plus forte teneur en uranium de l'échantillon de résidus d'uranium UTS-4 préparé antérieurement pour le même corps minéralisé (2); de plus, on n'a pas réussi à caractériser le nickel dans l'UTS-4 et on a décidé de refaire l'essai en utilisant un échantillon de minerai.

On a mené un programme interlaboratoire afin d'obtenir, de 13 laboratoires commerciaux, industriels et gouvernementaux utilisant des méthodes analytiques de leur choix, des résultats pour l'uranium, le nickel et l'arsenic. Les résultats devraient par conséquent être représentatifs des plus récentes méthodes d'analyse de ces éléments.

NATURE ET PRÉPARATION

La matière première pour le RL-1 a été donnée en août 1984 au PCMRC par l'Eldor Mines Ltd. de Saskatoon (Saskatchewan). Elle est représentative du gisement d'uranium de Rabbit Lake (Saskatchewan). La roche encaissante est une dolomite siliceuse qui a été fortement altérée et fracturée (3). Le corps minéralisé se compose d'une zone minéralisée en uranium à forte teneur au centre d'une zone bréchifiée dont la teneur devient faible dans la zone périmétrique moins bréchifiée.

La matière première a été broyée à sec en septembre 1984 pour passer dans un tamis de 74 µm. Le minerai en poudre pesant 145 kg a été mélangé pendant 12 h dans un mélangeur conique de 570 L puis embouteillé en unités de 100 g. Après la sélection des bouteilles pour la confirmation d'homogénéité, environ la moitié du RL-1 a été retirée des bouteilles et stockée en vrac.

D'après l'analyse par activation neutronique visant à déterminer la concentration d'uranium et l'analyse par fluorescence X visant à déterminer la concentration de nickel effectuées sur 15 bouteilles de RL-1 choisies au hasard, le matériau est assez homogène pour être utilisé comme matériau de référence de composition. Les résultats de l'évaluation de l'homogénéité du RL-1 sont donnés à l'annexe A.

La composition chimique et les résultats de l'analyse granulométrique du RL-1 sont donnés aux tableaux 1 et 2.

Tableau 1 - Composition chimique approximative

Élément	Masse (%)
Si	25,3
Al	6,5
Fe	2,3
Ca	1,8
Mg	9,2
C, total	0,81
Ti	0,25
K	0,22
Na	0,06
U	0,20
S	0,13
Ni	185 µg/g
As	20 µg/g
L.O.I.	10,2
H_2O (105°C)	0,85

* Moyenne d'au moins deux évaluations.

Tableau 2 - Analyse granulométrique (tamisage par voie humide)

Tranche granulométrique (µm)	masse (%)
-104 + 74	0,0
-74 + 46	11,6
-46 + 37	8,8
-37	79,6

PROGRAMME INTERLABORATOIRE DE CERTIFICATION

L'Annexe B contient la liste des laboratoires qui ont participé au programme de certification. On a assigné à chaque laboratoire un code numérique qui est totalement indépendant de l'ordre alphabétique. Les résultats du CANMET sont rendus publics.

On a demandé à chaque laboratoire de fournir les résultats de cinq analyses répétées pour l'uranium, le nickel et l'arsenic contenus dans une bouteille de RL-1, réalisées à l'aide des méthodes de leur choix, et de présenter les résultats sur une base "tel quel". Cependant, certains laboratoires n'ont pas fourni les résultats de cinq analyses pour un élément. Lorsqu'un laboratoire a présenté des ensembles de résultats pour un élément obtenus par plus d'une méthode, on a considéré ces ensembles comme statistiquement indépendants.

Le tableau 3 contient les valeurs recommandées pour le RL-1. Les tableaux 4 et 5 contiennent les données relatives aux méthodes et à l'analyse.

TRAITEMENT STATISTIQUE DES RÉSULTATS ANALYTIQUES

DÉTECTION DES VALEURS ABERRANTES

Afin de ne pas fausser les statistiques, on n'a pas tenu compte, dans les calculs subséquents, des groupes de résultats dont les moyennes s'écartaient de plus du double de l'écart-type global par rapport à la moyenne calculée initialement. On a aussi rejeté les ensembles de résultats dont la variance était considérée relativement élevée. Tous les résultats qui ont été rejetés sont identifiés dans les tableaux 5a à 5c.

ESTIMATION DES VALEURS CONSENSUS ET DES LIMITES DE CONFIANCE DE 95 %

On s'est basé sur une analyse de variance pour estimer la valeur consensus et sa variance. Dans cette approche, on considère que les résultats du programme de certification décrits ne constituent qu'un échantillon d'un groupe universel de résultats. On a supposé que les données analytiques étaient appropriées aux modèles (4).

$$x_{ij} = \mu = y_i + e_{ij}$$

où x_{ij} = j^e résultat du groupe i,
μ = valeur consensus vraie,
y_i = écart entre la moyenne des résultats du groupe i ($\bar{x}_i.$) et μ et
e_{ij} = écart entre x_{ij} et $\bar{x}_i.$

On suppose que y_i et e_{ij} ont tous deux des distributions normales avec des moyennes de zéro et des variances de ω^2 et σ^2 respectivement. On évalue la signification de ω^2 en comparant le rapport des carrés moyens intergroupes aux carrés moyens intragroupes avec la valeur de F au niveau de confiance de 95 % et avec les degrés de liberté appropriés.

La valeur consensus du modèle considéré est évaluée d'après la moyenne globale $\bar{x}..$ par :

$$\bar{x}.. = \sum_{i}^{k} \sum_{j}^{n_i} x_{ij} \Big/ \sum_{i}^{k} n_i$$

où n_i = nombre de résultats du groupe i, et
k = nombre de groupes.

La valeur de σ^2 est évaluée d'après S_1^2 qui est donné par

$$s_1^2 = \sum_{i}^{k} \sum_{j}^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_i.)^2 \Big/ \sum_{i}^{k} n_i - k.$$

La valeur de ω^2 est évaluée d'après

$$\omega^2 = (s_2^2 - s_1^2) \Big/ \frac{1}{k-1} \left(\sum_{i}^{k} n_i - \sum_{i}^{k} n_i^2 / \sum_{i}^{k} n_i \right)$$

où

$$s_2^2 = \sum_i^k n_i(\bar{x}_{i\cdot} - \bar{\bar{x}}_{\cdot\cdot})^2 \Big/ \quad k\text{-}1.$$

La variance de la moyenne globale est donnée par

$$V[\bar{\bar{x}}_{\cdot\cdot}] = \left(\sum_i^k n_i^2/(\sum_i^k n_i)^2\right)\omega^2 + \left(1/\sum_i^k n_i\right)\sigma^2$$

et les limites de confiance de 95 % pour $\bar{\bar{x}}_{\cdot\cdot}$ sont

$$\bar{\bar{x}}_{\cdot\cdot} \pm t_{0.975,\,(k-1)}\sqrt{V[\bar{\bar{x}}_{\cdot\cdot}]}.$$

Les résultats de l'essai d'homogénéité du RL-1 ont été inclus. Cependant, pour éviter de donner un facteur de pondération excessif à la contribution de l'uranium, seulement cinq résultats ont été choisis au hasard parmi les 45 disponibles.

Il faut remarquer que les limites de confiance de 95 % signifient que pour 100 exécutions du programme de certification, la moyenne globale serait dans 95 cas à l'intérieur des limites prévues.

L'écart-type moyen intragroupe, σ_A, est une mesure de la précision moyenne à l'intérieur des bouteilles telle que déterminée par les méthodes analytiques utilisées. Il en découle donc qu'un laboratoire utilisant une méthode de reproductibilité moyenne ou supérieure devrait obtenir des résultats individuels pour un élément certifié donné dont la précision est au moins comparable à la valeur indiquée pour σ_A.

CRITÈRE DE CERTIFICATION

Le rapport de l'écart-type interlaboratoire à l'écart-type intralaboratoire, σ_B/σ_A, dans lequel

$$\sigma_B = \sqrt{\left[\sum_i^k \left(\bar{x}_{i\cdot} - \left(\sum_i^k \bar{x}_{i\cdot}\right)/k\right)\right]^2 \quad k\text{-}1}$$

est une mesure de la qualité des données de certification pour les matériaux de référence du PCMRC (5). La limite maximale admissible pour σ_B/σ_A est de 3 pour tous les éléments à l'exception de l'uranium pour lequel une limite maximale de 2 est plus réaliste.

Le critère de certification d'un élément dans un matériau de référence est le paramètre RP, le pourcentage des groupes de résultats qui doivent être rejetés pour qu'on obtienne une valeur de σ_B/σ_A égale ou inférieure à la limite supérieure admissible. RP ne doit pas dépasser 15 %.

Les valeurs de σ_B/σ_A et de RP pour le RL-1 sont données au tableau 6. Le RL-1 satisfait au critère de certification RP < 15 % pour $\sigma_B/\sigma_A \leq 2$ tel que requis pour l'uranium.

DISCUSSION

Le tableau 4 est un résumé d'une classification méthodologique des résultats analytiques acceptés dans laquelle il y a une distinction nette entre les différentes méthodes de décomposition, de séparation et de dosage. On n'a pas essayé, pour quelque élément que ce soit, de détecter s'il existe une différence statistiquement importante entre les moyennes globales des méthodes plus courantes, étant donné qu'il n'y avait pas généralement un nombre suffisant de données pour justifier ce test.

La figure 1 est un graphique montrant la fréquence relative en fonction des intervalles de concentration pour l'uranium, le nickel et l'arsenic. Les distributions observées montrent le consensus auquel en sont venus les laboratoires participants.

Une comparaison de la valeur et des intervalles de confiance de 95 % du nickel pour le RL-1 à 185 ± 5 µg/g avec ceux de l'UTS-4 (un échantillon de résidus préparé à partir du même minerai que le RL-1) à 151 ± 26 µg/g montre une augmentation appréciable de la qualité de la valeur consensus pour cet élément.

VÉRIFICATION D'UNE MÉTHODE ANALYTIQUE À L'AIDE DU RL-1 (6)

On effectue n analyses répétées (à partir de sous-échantillons distincts) en utilisant la méthode analytique que l'on veut vérifier. On recommande d'utiliser la valeur n = 10 pour une analyse unique. Pour la vérification périodique de la précision d'une méthode analytique, la valeur n = 2 est suffisante pour chaque analyse; cependant, le nombre total d'analyses répétées doit être supérieur à 10.

On calcule les paramètres statistiques suivants :

$$\bar{X} = \sum_{i=1}^{n} X_i/n \text{ - moyenne}$$

$$S_W = \sqrt{\sum_{i=1}^{n} (X_i - \bar{X})^2 \Big/ n-1} \text{ - écart-type intralaboratoire estimé, c'est-à-dire fidélité de la méthode}$$

n est le nombre de résultats analytiques restant après le rejet des valeurs aberrantes.

a) Vérification de la fidélité

On calcule

$$F = \frac{(S_W)^2}{(S_{rc})^2}$$

où les valeurs pour le RL-1 du S_{rc}, l'écart-type intralaboratoire, sont données au tableau 6.

On compare F avec $F_o = F_{0,95,\ n-1,\ DF_c}$ que l'on peut prendre dans n'importe quel ouvrage de statistique. Lorsque le degré de liberté DF_c n'est pas donné dans le certificat, utiliser $DF_c = 60$.

$F \leq F_o$: la méthode analytique est assez fidèle;
$F > F_o$: la méthode analytique n'est pas aussi fidèle que les méthodes utilisées pour la certification des MR.

b) Vérification de la précision

lorsque $\left| \bar{X} - A_c \right| \leq 2\ S_{Lc}$

la méthode analytique a une précision suffisante. Sinon, elle n'est pas considérée aussi précise que les méthodes des laboratoires qui sont acceptés dans le programme de certification.

Les valeurs de A_c sont données en tant que "moyenne globale" au tableau 3 et les valeurs de l'écart-type interlaboratoire, S_{Lc}, sont données au tableau 6.

BIBLIOGRAPHIE

1. Steger, H.F. "Matériaux de référence". Rapport CANMET 84-14F. CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada, 1985.

2. Smith, C.W., Steger, H.F. et Bowman, W.S. "Résidus d'uranium, matériaux de référence". Rapport du Programme national de recherche sur les résidus d'uranium PNRRU-2F. CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada, 1984.

3. Carino, A.B. "Uranium recovery at the Rabbit Lake operation of Gulf Minerals Canada Limited." CIM Bull 72:806:162-165, 1979.

4. Brownlee, K.A. Statistical Theory and Methodology in Science and Engineering. New York: John Wiley and Sons, Inc., 1960.

5. Steger, H.F. "A re-assessment of the criterion for certifiability in CCRMP." Geostandards Newsletter VI:17-23, 1982.

6. Sutarno, R. et Steger, H.F. "The use of certified reference materials in the verification of analytical data and methods." Talanta 32(6):439-445, 1985.

.Tableau 3 - Valeurs recommandées et paramètres statistiques
(valeurs aberrantes exclues)

Élément	Nombre de laboratoires	Nombre de groupes de résultats	Nombre de résultats	Moyenne globale	LC 95 % inférieure	LC 95 % supérieure	σ_A
U	10	13	67	0,201 %	0,195	0,206	0,004
Ni	11	12	61	185 µg/g	180	190	4
As	11	12	60	19,6 µg/g	18,5	20,7	0,8

Tableau 4a - Résumé des méthodes analytiques pour l'uranium
(valeurs aberrantes exclues)

Méthode	Décomposition, séparation, etc.	lab. n°	n	$\bar{x}$ (masse)
Fluorimétrie	HCl, HNO_3, HF, H_2SO_4 ou une combinaison ceux-ci; extraction de l'uranium avec de l'acétate d'éthyle	7, 8	10	0,189
	HCl, HNO_3, HF, H_2SO_4 ou une combinaison de ceux-ci; aucune donnée sur la séparation, si elle est effectuée	1, 6, 9, 12	22	0,205
Fluorescence X	Échantillon mélangé avec un liant avant la réduction en boulettes	3b, 4	10	0,208
	Fusion avec du $Li_2B_4O_7$ + H_3BO_3; broyé et réduit en boulettes	11a	5	0,198
Analyse par activation neutronique	Comptage des neutrons retardés	3a, 5a, 5b	15	0,201
Colorimétrie	HNO_3 + HF + $HClO_4$; résidu fondu avec du $NaBF_4$; extraction de l'uranium avec de l'oxyde trioctyl-phosphinique (TOPO) dans du cyclohexane; formation d'un composé coloré avec du bromo-padap	11b	5	0,190

Tableau 4b - Résumé des méthodes analytiques pour le nickel
(valeurs aberrantes exclues)

Méthode	Décomposition, séparation, etc.	lab. n°	n	$\bar{x}$ (µg/g)
Spectrométrie d'absorption atomique	HCl, HNO_3, HF, $HClO_4$, H_2SO_4 ou une combinaison de ceux-ci; chauffage jusqu'à siccité ou fumées de $HClO_4$ ou H_2SO_4; dissolution dans du HCl ou HNO_3 dilué	1, 2, 5, 8, 9 10, 11a, 12a	41	185,0
	HCl + HNO_3 + H_2SO_4; chauffage jusqu'à siccité; formation de complexes de Ti et d'Al avec le HF; $CaSO_4$ séparé par filtrage; extraction du nickel avec de la diméthylglyoxime dans du CCl_4; extraction avec du HCl à 20 %	CANMET	5	177,7
	Fusion avec du Li_2CO_3-H_3BO_3; repris dans du HNO_3 dilué	7	5	182,0
Spectrométrie d'émission atomique en plasma à couplage direct	HNO_3 + HF + H_2SO_4; chauffage jusqu'à siccité; dissolution dans du HCl + HNO_3 dilué	3	5	191,4
Colorimétrie	HNO_3 + HF + $HClO_4$; résidu fondu avec du $NaBF_4$; formation d'un composé coloré avec la diméthylglyoxime	11b	5	189,0

Tableau 4c - Résumé des méthodes analytiques pour l'arsenic
(valeurs aberrantes exclues)

Méthode	Décomposition, séparation, etc.	lab. n°	n	$\bar{x}$ (µg/g)
Spectrométrie d'absorption atomique sans flamme	HCl, HNO_3, $HClO_4$ ou une combinaison de ceux-ci; réduction de l'arsenic jusqu'au dégagement d'arsine	3a, 5, 7	15	19,1
	Fusion avec du NaOH; repris dans de l'acide dilué; formation d'arsine	8	5	22,0
Colorimétrie	Br_2, HCl, HNO_3, HBr, $HClO_4$, H_2SO_4 ou une combinaison de ceux-ci; chauffage jusqu'à siccité: dissolution dans du HCl ou HNO_3 dilué; réduction de l'arsenic et dégagement sous forme d'arsine piégée dans du diéthyldithiocarbamate d'argent dans de la pyridine ou du CCl_4	1, 2, 10 12	20	19,2
	Br_2 + HNO_3 + HCl + H_2SO_4; arsenic coprécipité deux fois avec du Fe_2O_3.n H_2O; arsenic oxydé sous forme de As(V) et silice déshydratée séparée par filtrage; réduction de l'As(V) en AS (III) avec du $FeSO_4$ et extraction dans du CCl_4 avec du xanthate; oxydation sous forme de As(V) et extraction avec de l'eau; dosé sous forme de bleu de molybdène	CANMET	5	19,8
	Br_2 + HNO_3 +HCl + HBr + $HClO_4$; extraction de l'arsenic dans du benzène; extraction avec de l'eau et oxydation sous forme de As(V) avec du $KBrO_3$; dosé sous forme de bleu de molybdène	11a	5	22,0
	Aucune donnée sauf méthode par coloration	9	5	17,1
Analyse par activation neutronique	Activation neutronique de comptage	36	5	20,3

Tableau 5a - Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour l'uranium

URANIUM, MASSE (%)

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (FLUOR)	0,21	0,22	0,20	0,22	0,19	0,208	0,013
LAB- 3 (NAA)	0,1995	0,1987	0,1991	0,1970	0,1977	0,198	0,001
LAB- 3 (XRF)	0,220	0,220	0,212	0,216	0,216	0,217	0,003
LAB- 4 (XRF)	0,2000	0,2000	0,2003	0,1998	0,1998	0,200	0,000
LAB- 5 (NAA)	0,204	0,199	0,203	0,202	0,208	0,203	0,003
LAB- 5 (NAA)	0,203	0,202	0,201	0,208	0,200	0,203	0,003
LAB- 6 (FLUOR)	0,2180	0,2167	0,2174	0,2173	0,2198	0,218	0,001
LAB- 7 (FLUOR)	0,184	0,166	0,208	0,194	0,189	0,188	0,015
LAB- 8 (FLUOR)	0,184	0,189	0,189	0,189	0,194	0,189	0,004
LAB- 9 (FLUOR)	0,199	0,201	0,204	0,202	0,204	0,203	0,202
	0,204	0,204					
LAB-11 (XRF)	0,1984	0,1976	0,1984	0,1976	0,1976	0,198	0,000
LAB-11 (COLOR)	0,19	0,19	0,19	0,19	0,19	0,190	0,000
LAB-12 (FLUOR)	0,190	0,185	0,188	0,200	0,195	0,192	0,006

Tableau 5b - Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour le nickel

NICKEL, UG/G

						MOYENNE	E.-T.
CANMET (AA)	178,2	178,3	175,7	177,5	178,6	177,7	1,2
LAB- 1 (AA)	200	200	196	200	188	196,8	5,2
LAB- 2 (AA)	185	180	184	192	190	186,2	4,8
LAB- 3 (DCP-AES)	191	190	190	191	195	191,4	2,1
LAB- 5 (AA)	174	172	172	172	171	172,2	1,1
LAB- 6 (AA)*	223	232	223	213	213	220,8	8,0
LAB- 7 (AA)	177	183	185	182	183	182,0	3,0
LAB- 8 (AA)	176	175	174	173	173	174,2	1,3
LAB- 9 (AA)	184	182	184	195	205	191,7	9,7
	200						
LAB-10 (AA)	194	190	194	184	184	189,2	5,0
LAB-11 (AA)	178	181	184	181	177	180,2	2,8
LAB-11 (COLOR)	180	193	201	188	183	189,0	8,3
LAB-12 (AA)	190	190	180	190	190	188,0	4,5
LAB-12 (AA)*	162	160	160	158	160	160,0	1,4

* Groupe de valeurs aberrantes

Tableau 5c - Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour l'arsenic

ARSENIC, UG/G

						MOYENNE	E.-T.
CANMET (COLOR)	20,0	19,7	19,8	19,6	19,8	19,8	0,1
LAB- 1 (COLOR)	20	21	19	19	17	19,2	1,5
LAB- 2 (COLOR)	18,8	19,0	19,2	20,3	18,1	19,1	0,8
LAB- 3 (AA)	19,7	20,0	20,0	20,0	19,7	19,9	0,2
LAB- 3 (INAA)	20,4	20,4	19,5	20,5	20,8	20,3	0,5
LAB- 5 (AA)	21	20	21	21	21	20,8	0,4
LAB- 7 (AA)	16,0	18,3	16,7	16,2	15,7	16,6	1,0
LAB- 8 (AA)	21,5	22,0	22,0	22,0	22,5	22,0	0,4
LAB- 9 (COLOR)	15,4	18,0	15,0	17,0	20,0	17,1	2,0
LAB-10 (COLOR)	19	20	19	18	16	18,4	1,5
LAB-11 (AA)*	24	29	28	19	25	25,0	3,9
LAB-11 (AA)*	26	31	28	24	26	27,0	2,6
LAB-11 (COLOR)	23	22	21	22	22	22,0	0,7
LAB-12 (COLOR)	20	19	20	20	21	20,0	0,7

* Groupe de valeurs aberrantes

Tableau 6 - Valeurs de σ_B/σ_A et de RP pour le RL-1

Élement	σ_B/σ_A	RP (%)	S_{rc}	S_{Lc}
U	1,8	7,7	0,006 %	0,0092 %
Ni	2,6	7,1	5,0 µg/g	7,3 µg/g
As	2,4	0,0	1,0 µg/g	1,6 µg/g

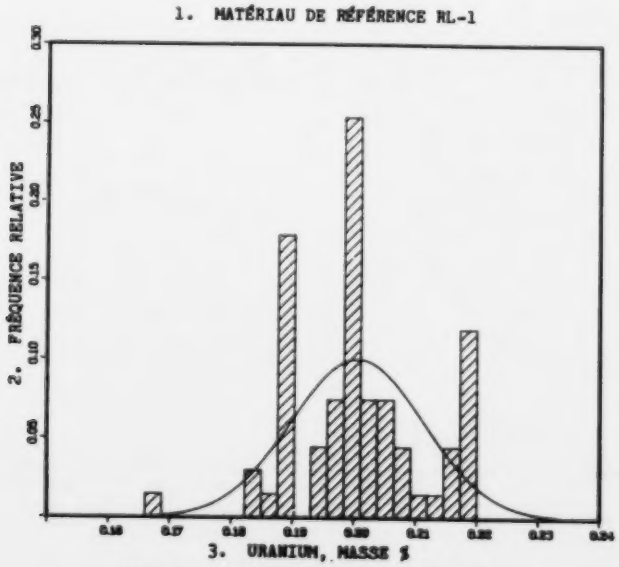

Fig. 1a - Histogramme pour l'uranium

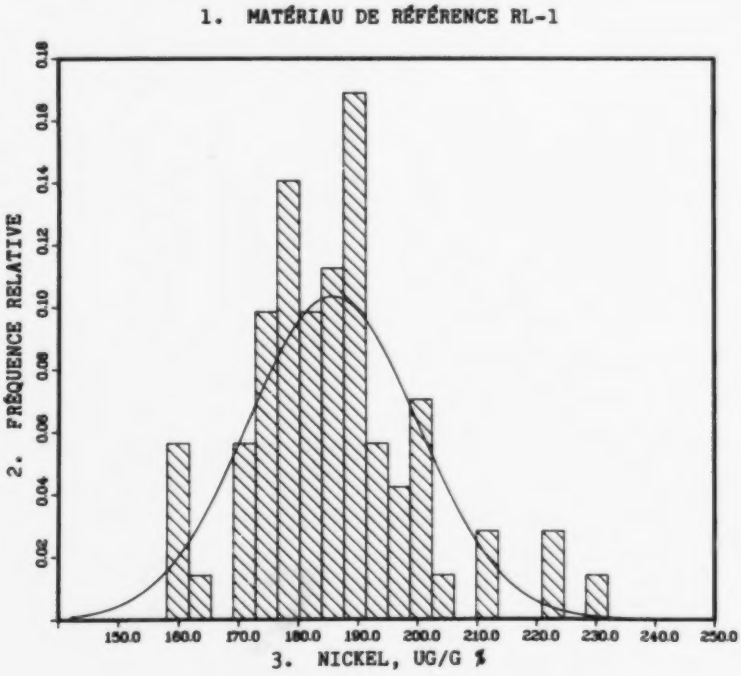

Fig. 1b - Histogramme pour le nickel

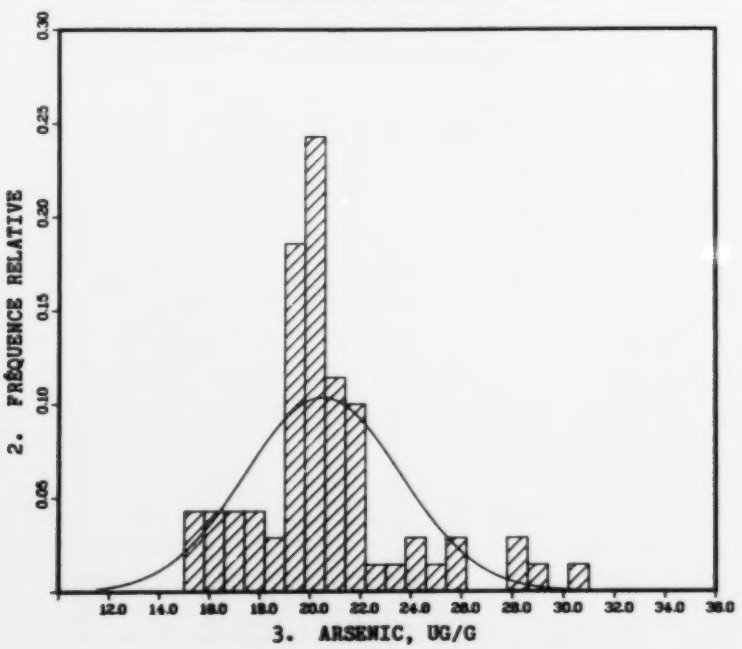

Fig. 1c - Histogramme pour l'arsenic

ANNEXE A

CONFIRMATION D'HOMOGÉNÉITÉ

CONFIRMATION D'HOMOGÉNÉITÉ

L'homogénéité du RL-1 a été évaluée, quant à la teneur en uranium, par analyse d'activation neutronique effectuée par les Chemex Laboratories Limited de Vancouver Nord (Colombie-Britannique) (contrat n° 18510490) et, quant à la teneur en nickel, par une analyse de fluorescence X effectuée en triple au CANMET et portant sur 15 bouteilles choisies à l'intérieur d'un lot de 1 366 bouteilles. Le matériau a été divisé en 14 lots de 90 bouteilles et un quinzième lot de 108 bouteilles. Le code numérique de la première bouteille a été choisi au hasard à l'intérieur du premier lot. Les codes numériques des autres bouteilles choisies ont été formés en ajoutant toujours 90 au code de la bouteille précédente. Les résultats sont présentés aux tableaux A7 et A8. On n'a trouvé aucun indice d'inhomogénéité d'une bouteille à l'autre.

Tableau A7 - Confirmation d'homogénéité du RL-1 pour l'uranium (AAN)

	U(%)			
Bouteille n°	Valeur par essai			Moyenne
61	,204	,204	,207	,2052
151	,205	,201	,199	,2018
241	,203	,210	,202	,2047
331	,202	,204	,203	,2027
421	,202	,204	,199	,2015
511	,203	,201	,205	,2030
601	,199	,198	,199	,1990
691	,201	,200	,201	,2007
781	,203	,203	,204	,2030
871	,203	,201	,207	,2035
961	,202	,204	,206	,2041
1051	,206	,203	,201	,2032
1141	,203	,200	,206	,2030
1213	,205	,204	,207	,2058
1277	,199	,204	,201	,2015
			Moyenne globale :	,2028

Analyse de variance

Source de variation	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carrés moyens
Intergroupe	14	$1{,}308 \times 10^{-4}$	$9{,}342 \times 10^{-6}$
Intragroupe	30	$1{,}577 \times 10^{-4}$	$5{,}257 \times 10^{-6}$
Total	44	$2{,}885 \times 10^{-3}$	

Valeur de F calculée = 1,77

F.95(14,30) = 2,037

L'hypothèse nulle d'une différence de zéro entre les bouteilles est acceptée pour l'uranium

Tableau A8 - Confirmation d'homogénéité du RL-1 pour le nickel (fluorescence X)

	Coups			
Bouteille n°	Valeur par essai			Moyenne
61	315	326	321	320,7
151	320	317	325	320,7
241	322	320	315	319,0
331	320	320	318	319,3
421	313	326	319	319,3
511	315	321	318	318,0
601	325	323	325	324,3
691	326	321	326	324,3
781	316	321	315	317,3
871	324	326	321	323,7
961	318	323	321	320,7
1051	317	326	327	323,3
1141	317	317	319	317,7
1231	327	317	315	319,7
1277	317	323	326	322,0
			Moyenne globale	320,7

Analyse de variance

Source de variation	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carrés moyens
Intergroupe	14	$2,380 \times 10^2$	17.00
Intragroupe	30	$4,780 \times 10^2$	15,93
Total	44	$7,160 \times 10^2$	

Valeur de F calculée = 1,067

F.95(14,30) = 2,037

L'hypothèse nulle d'une différence de zéro entre les bouteilles est acceptée pour le nickel

ANNEXE B

LABORATOIRES PARTICIPANTS

Ankara Nuclear Research and Training Centre
Besevler, Ankara (Turquie)
P. Arikan

Atlantic Analytical Services Ltd.
Saint-Jean (Nouveau-Brunswick)
W. Wilson

Bondar-Clegg and Company Ltd.
Vancouver Nord (Colombie-Britannique)
R.K. Rogers

Bondar-Clegg and Company Ltd.
Ottawa (Ontario)
P. Haulena

CANMET, Laboratoires des sciences minérales
Énergie, Mines et Ressources Canada
Ottawa (Ontario)

Chemex Labs Ltd.
Vancouver Nord (Colombie-Britannique)
B.L. Twaites

Denison Mines Ltd.
Elliot Lake (Ontario)
Doo-Hong Kim

Rio Algom Ltd.
Elliot Lake (Ontario)
J. Nipius

Technical Services Laboratories
Mississauga (Ontario)
A.H. Debnam

X-ray Assay Laboratories Ltd.
Don Mills (Ontario)
E.J. Brooker

Hudson Bay Mining and Smelting Company Ltd.
Flin Flon (Manitoba)
D. Allen

MINTEK
Randburg (Afrique du Sud)
E.J. Ring

Nuclear Activation Services
Hamilton (Ontario)
E.L. Hoffman

Ontario Ministry of Natural Resources
Geoscience Laboratories
Toronto (Ontario)
C. Riddle